

# Identifikasi Fasa pada Sintesis $\text{Al}_2\text{O}_3$ dengan Metode Logam-Terlarut Asam

Dianita Wardani, Suminar Pratapa

Jurusan Fisika, FMIPA, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111

E-mail: suminar\_pratapa@physics.its.ac.id

**Abstrak** — Telah dilakukan sintesis serbuk  $\text{Al}_2\text{O}_3$  dengan metode logam-terlarut asam dengan variasi temperature sintesis. Bahan dasar yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (Al Merck) dan larutan HCl (Merck 37%). Sintesis  $\text{Al}_2\text{O}_3$  ini dilakukan dengan menggunakan metode logam-terlarut asam dengan waktu kalsinasi 1 jam pada variasi temperatur 100 °C, 300 °C, 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C. Karakterisasi dan analisis fasa dilakukan dengan instrumen X-Ray Diffractometer (XRD). Analisis fasa meliputi identifikasi fasa dan tingkat kristalinitas. Hasil analisis menunjukkan bahwa pada temperatur pengeringan terbentuk kloraluminat  $\text{AlCl}_3\text{H}_{12}\text{O}_6$  yang kemudian terdekomposisi membentuk fasa amorf, lalu fasa-fasa intermediat alumina, sampai pada temperatur 1100 °C terbentuk fasa stabil  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  (korundum).

**Kata Kunci:** Metode logam-terlarut, fasa-fasa intermediat,  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ , XRD, ukuran kristal

## I. PENDAHULUAN

Indonesia merupakan negara yang memiliki sumber daya alam yang melimpah. Bahan-bahan alami yang siap diolah banyak tersedia di negeri ini. Mulai dari minyak, gas, tanah, dan berbagai bahan mineral lain. Tidak terkecuali bahan-bahan oksida seperti yang sering diaplikasikan pada teknologi yang semakin canggih di jaman sekarang, seperti  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{TiO}_2$ ,  $\text{MgO}$ , dan  $\text{ZnO}$ .

Aluminium oksida ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau alumina) tergolong salah satu jenis keramik oksida atau keramik teknik yang aplikasinya cukup luas, misalnya di bidang elektronik, termal, kimia katalis dan mekanik. Alumina merupakan polimorfi, yang berdasarkan struktur kristalnya dapat digolongkan menjadi  $\gamma$ -alumina,  $\beta$ -alumina,  $\delta$ -alumina,  $\theta$ -alumina,  $\kappa$ -alumina,  $\chi$ -alumina dan  $\alpha$ -alumina  $\text{Al}_2\text{O}_3$  atau disebut korundum [1]. Sebagai bahan paling tahan suhu tinggi yang berkisar sampai temperatur 1700, juga merupakan material yang sangat keras dan kuat sehingga sering dipakai sebagai bahan di bidang teknik misal bahan pada struktur pesawat. Di samping itu, konduktivitas listriknya sangat rendah sehingga cocok digunakan sebagai bahan isolator listrik [2].

Beberapa metode sintesis alumina yang telah dikenal adalah sol gel [3] presipitasi [4], preparasi dan luminasi [5], proses kalsinasi prekursor [6], hidrotermal [7]. Beberapa metode di atas dirasa kurang efektif dan efisien, di antaranya metode sol gel membutuhkan waktu yang lama untuk pembentukan gelnya, bahan dasar yang relatif mahal. Metode presipitasi kurang efektif. Berdasarkan hal tersebut, maka pada penelitian ini akan digunakan pencampuran antara aluminium

dan cairan asam (HCl) dengan metode yang disebut *dissolved method*. Metode ini dianggap lebih efisien, karena proses sintesis yang sederhana dan berpotensi menghasilkan material nanometrik [1].

Alumina terdiri dari alumina murni dan tidak murni, Tujuh modifikasi kristal dari alumina mendekati anhidrat dari pemanasan hidrat, alumina murni dikategorikan sebagai  $\alpha$ -,  $\gamma$ -,  $\delta$ -,  $\eta$ -,  $\beta$ -,  $\kappa$ -, dan  $\chi$ -alumina. Untuk alumina tidak murni adalah  $\theta$ - dan  $\zeta$ -alumina. Berbagai macam alumina diatas memiliki struktur  $\eta$ - alumina berbentuk kubik,  $\gamma$ -,  $\delta$ -,  $\beta$ - alumina berbentuk spinel dan  $\kappa$ - alumina tidak kubik [1].

Dari penelitian-penelitian sebelumnya maka dapat diangkat sebuah persoalan riset tentang bagaimana pembentukan alumina dan karakterisasinya dengan menggunakan metode pencampuran logam-terlarut (*dissolved method*) untuk mendapatkan nanopartikel alumina ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

## II. METODOLOGI PENELITIAN

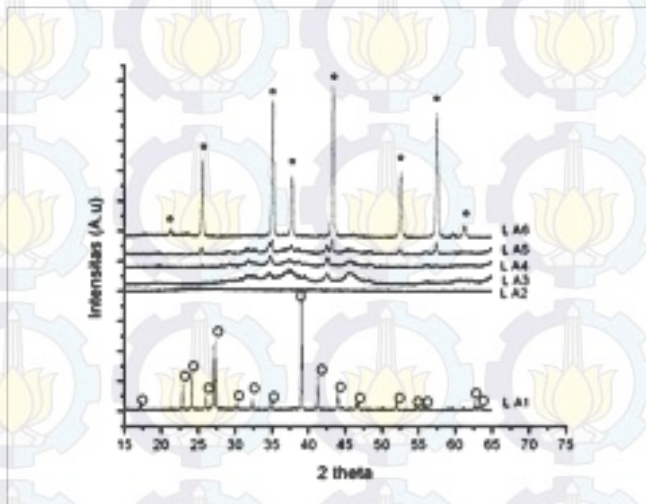
Bahan yang digunakan dalam penelitian ini adalah serbuk aluminium (Al Merck) dan larutan HCl 37% (Merck). Serbuk prekursor Al direaksikan (*dissolved*) dalam HCl dengan pengadukan selama 180 menit. Kemudian larutan dikeringkan pada temperatur 100 °C. Pada proses pengeringan larutan berubah warna dan mengendap sedikit demi sedikit sampai membentuk endapan kering sempurna dan sebagian menjadi serbuk. Endapan dan serbuk digerus agar menghasilkan serbuk halus prekursor alumina. Prekursor dikalsinasi pada rentang temperatur 100 °C, 300 °C, 900 °C, 1000 °C, dan 1100 °C. Serbuk hasil kalsinasi kemudian dikarakterisasi dengan X-Ray Diffraction (XRD), setelah itu dianalisis menggunakan perangkat lunak Match! Dan Rietica.

## III. HASIL DAN PEMBAHASAN

Hasil dari sintesis yang dilakukan berbentuk serbuk prekursor  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , hasil prekursor yang telah dikalsinasi pada variasi berbagai temperatur secara umum apabila diamati secara fisik berbentuk serbuk berwarna putih dan halus.

Gambar 3.1 menunjukkan pola-pola XRD untuk sampel berkode L yaitu 6 sampel dengan variasi temperatur kalsinasi yang berbeda dan waktu tahan 1 jam.





**Gambar 3.1** Pola difraksi sinar-X (radiasi  $\text{CuK}\alpha_{1,2}$ ) untuk serbuk-serbuk alumina pada berbagai temperatur kalsinasi.

Ket: \* = korundum; o = kloroaluminat

Pada Gambar 3.2 menunjukkan pola-pola XRD untuk sampel-sampel serbuk alumina dengan variasi temperatur kalsinasi yang berbeda dan waktu tahan 1 jam. Pada gambar terlihat bahwa fasa-fasa yang terbentuk adalah korundum (nomer kode basis-data 00-074-1081), kappa alumina (nomer kode basis-data 00-088-0107) dan fasa kloroaluminat ( $\text{AlCl}_3\text{H}_{12}\text{O}_6$ ) nomer kode basis-data 96-901-1085). Fasa kloroaluminat terbentuk setelah pengeringan larutan prekursor pada temperatur  $100^\circ\text{C}$  dengan unsur-unsur penyusun Al, Cl, H, dan O. Sedangkan pelarut yang digunakan adalah HCl dan keduanya diyakini secara bersama menyusun fasa kristal kloroaluminat tersebut pada saat temperatur pengeringan. Pada temperatur pengeringan atau temperatur  $100^\circ\text{C}$  terjadi reaksi penguraian antara logam terlarut dan pelarut yang menyebabkan terbentuknya kristal hidrat yang tergolong kelompok aluminium hidroksida.

Pada pola-pola difraksi di atas, mengindikasikan bahwa adanya perbedaan presentase berat fasa dari sampel sampel di atas. Secara khusus, misalnya, diinspeksi lebih lanjut puncak (1 1 6) pada sudut  $2\theta = 57,5^\circ$ . Intensitas pada sampel LA5 dibanding LA6 adalah 588 dibanding 855. Hal ini membuktikan bahwa intensitas semakin meningkat dengan kenaikan temperatur kalsinasi. Pola XRD sampel kode LA5 juga memperlihatkan adanya  $\kappa\text{-Al}_2\text{O}_3$ , yang merupakan fasa intermediat alumina.

Analisis lebih lanjut menunjukkan bahwa kristalinitas pada material meningkat tajam, terutama ketika dilakukan inspeksi terhadap intensitas korundum yang mula-mula belum ada pada temperatur kalsinasi  $1000^\circ\text{C}$  menjadi 2500 cacah per sekon pada puncak (1 1 3) dengan faktor skala korundum sebesar  $0,31 \times 10^{-4}$ .

### KESIMPULAN

Metode logam-terlarut asam menghasilkan fasa tunggal korundum ( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ ) pada temperatur  $1100^\circ\text{C}$ . Kenaikan temperatur kalsinasi dari  $1000^\circ\text{C}$  ke  $1100^\circ\text{C}$  meningkatkan

kristalinitas dengan tajam.

### UCAPAN TERIMA KASIH

Ucapan terima kasih disampaikan kepada Kementerian Pendidikan dan Kebudayaan Republik Indonesia melalui Lembaga Penelitian dan Pengabdian kepada Masyarakat (LPPM) ITS yang telah mendukung sebagian pendanaan riset ini melalui Program EPI-Unet nomer 013674.36/IT2.7/PN.01. 01/2013 yang diberikan kepada Prof. Suminar Pratapa Ph.D

### DAFTAR PUSTAKA

- [1] Stumpf., Russel Allen., Tucker., 1950. Thermal Transformations of Aluminas and Alumina Hydrates. Aluminum Company of America, New Kensington, Pa.
- [2] Li dan PanYubai, 2005. Low temperature synthesis of ultrafine  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  powder by a simpel aqueous sol-gel process, Shanghai Institute of Ceramics, China
- [3] J, G Li dan X, Sun., 2000. Synthesis and Sintering Behavior of a Nanocrystalline Alumina Powder. Acta Material, 48, 3103- 3112
- [4] Pratapa S. 2004 . Bahan Kuliah Difraksi sinar-x, Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya
- [5] Pratapa S, 1997 . Syntesis and Character of a functinally-graded . Syntesis and Character of a functinally-graded aluminium titanate/ziconia alumina composite, thesis, Curtin University of technology, Australia.
- [6] Saptawendar, R dan B, Sunendar . 2011. Oryza Sativa Pulp a Template in  $\alpha$ - Alumina Nanocrystalline Synthesis by Precursor Calcining Proses. Jurnal Selulosa, 1, 01-07
- [7] Ginting.Masno., Ramlan., Muljadi. 2007. Pembuatan Keramik Beta Alumina ( $\text{Na}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$ ) dengan Aditif MgO dan Karakterisasi Sifat Serta Struktur Kristalnya. ISSN, 7, 01-03